

10/509107

10 Rec'd PCT/PTC 2 2004

Mod. C.E. - 1-4-7

PCT / IB 0 3 / 0 1 1 7 7

14 MAY 2003

MODULARIO  
LOA - 101

# Ministero delle Attività Produttive

Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività

Ufficio Italiano Brevetti e Marchi

Ufficio G2

Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per: **Invenzione Industriale**

N. FI2002 A 000052

REC'D 20 MAY 2003

WIPO PCT

*Si dichiara che l'unita copia è conforme ai documenti originali  
depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati  
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.*

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

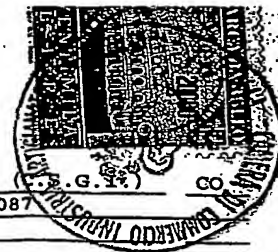


Roma, li 5 APR. 2003

IL DIRIGENTE

Giampietro Carlotta

*Giampietro Carlotta*



1)	Denominazione	CONSORZIO INTERUNIVERSITARIO PER LO SVILUPPO DEI SISTEMI A GRANDE INTERFASE (C.P.G. 1977)	
	Residenza	FIRENZE	codice 0451924087
2)	Denominazione		
	Residenza		codice

cognome nome	Livio Brighenti			cod. fiscale	
denominazione studio di appartenenza	NOTARBARTOLO & GERVASI S.P.A.				
via	Lungarno Amerigo Vespucci	n.	24	città	FIRENZE
				cap	50123 (prov) FI

**DOMICILIO ELETTIVO** destinatario \_\_\_\_\_  
via \_\_\_\_\_ n. \_\_\_\_\_ città \_\_\_\_\_ cap \_\_\_\_\_ (prov) \_\_\_\_\_

TITOLO classe proposta (sez/cl/scd) \_\_\_\_\_ gruppo/sottogruppo ☐ / ☐  
processo per la preparazione di nano- e micro-particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione, nano- e micro-particelle così ottenute e loro impiego in campo ceramico, tessile e cartario.

SE ISTANZA: DATA		/		/		N. PROTOCOLLO	
------------------	--	---	--	---	--	---------------	--

INVENTORI DESIGNATI			
	cognome nome		cognome nome
1)	BAGLIONI Piero	3)	FRATONI Laura
2)	DEI Luigi	4)	LO NOSTRO Pierandrea

PRIORITY	Nazione o organizzazione	Tipo di priorità	numero di domanda	data di deposito	allegato S/R	SCIOGLIMENTO RISERVE	
						Data	N° Protocollo
1)				<input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>	<input type="text"/>
2)				<input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/>	<input type="text"/>

CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA COLTURE DI MICRORGANISMI, denominazione:

**ANNOTAZIONI SPECIALI**  
**ESSUNA**

**N. es.**

1)	<input type="checkbox"/>	PROV	n. pag	<input type="text" value="14"/>	riassunto con disegno principale, descrizione e rivendicazioni (obbligatorio 1 esemplare)
2)	<input type="checkbox"/>	PROV	n. tav	<input type="text" value="00"/>	disegno (obbligatorio se citato in descrizione; 1 esemplare)
3)	<input type="checkbox"/>	<del>RIS</del>			lettera d'incarico, procura o riferimento procura generale
4)	<input type="checkbox"/>	RIS			designazione inventore
5)	<input type="checkbox"/>	RIS			documenti di priorità con traduzione in italiano
6)	<input type="checkbox"/>	RIS			autorizzazione o atto di cessione
7)	<input type="checkbox"/>				nomnativo completo del richiedente

attestati di versamento, totale lire EURO Centoottantaotto/51=

MPILATO IL 28 / 03 / 2002 FIRMA DEL (I) RICHIEDENTE (I)

✓TINUA (SI/NO) ☒ SI

**: PRESENTE ATTO SI RICHIEDE COPIA AUTENTICA (SI/NO) ☒ SI**

ICIO PROVINCIALE IND. COMM. ART. DI CAMERA COMMERCIO FIRENZE codice 48

BALE DI DEPOSITO	NUMERO DI DOMANDA	FI 2009A0000052	Reg. A
------------------	-------------------	-----------------	--------

no DUEMILADUE, il giorno VENTOTTO del mese di MARZO

richiedente (i) sopraindicato (i) ha (hanno) presentato a me sottoscritto la presente domanda, corredata di n. 01 fogli aggiuntivi per la concessione del brevetto riportato.

**NOTAZIONI VARIE DELL'UFFICIALE ROGANTE**

## IL DEPOSITANTE

## L'UFFICIALE ROGANTE



GLIO AGGIUNTIVO n. 01

di totali 01

DOMANDA

REG. A

GIUNTA MODULO A

RICHIEDENTE (I)

N.G.

Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	
Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	
Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	
Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	
Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	
Denominazione			<input type="checkbox"/>
Residenza		codice	

INVENTORI DESIGNATI

	cognome nome		cognome nome
05	MORONI Michelangelo		

PRIORITA'

Nazione o organizzazione	Tipo di priorità	Numero di domanda	Data di deposito	Allegato S/R	SCIOGLIMENTO RISERVE	
					Data	N° protocollo
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	
			<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/> / <input type="checkbox"/>	

MA DEL (I) RICHIEDENTE (I)

*Luca Bignardi*

SPAZIO RISERVATO ALL'UFFICIO CENTRALE BREVETTI

BREVETTO DI INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE

NUMERO DOMANDA  
NUMERO BREVETTO

REG. A

DATA DI DEPOSITO

DATA DI RILASCIO

	/		/	
	/		/	

RICHIEDENTE (I)

Denominazione  
ResidenzaCONSORZIO INTERUNIVERSITARIO PER LO SVILUPPO DEI SISTEMI A GRANDE INTERFASE (C.S.G.I.)  
FIRENZE

TITOLO

Processo per la preparazione di nano- e micro-particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione, nano- e micro- particelle così ottenute e loro impiego in campo ceramico, tessile e cartario.

Sede proposta (sez./cl./scl/)

☐

(gruppo sottogruppo)

☐ / ☐

RIASSUNTO

Sono descritti un processo per la preparazione di particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione che prevede una fase di sintesi in fase omogenea per reazione di doppio scambio e, nel caso degli ossidi, la successiva calcinazione degli idrossidi corrispondenti, le particelle così ottenute ed il loro uso per il rivestimento superficiale di materiali ceramici, tessili e cartacei.



DISEGNO

Descrizione della Domanda di Brevetto di Invenzione dal titolo:

Processo per la preparazione di nano- e micro-particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione, nano- e micro-particelle così ottenute e loro impiego in campo ceramico, tessile e cartario.

a nome: Consorzio Interuniversitario per lo Sviluppo dei Sistemi a Grande Interfase (C.S.G.I.)

con sede in: FIRENZE

Inventori designati: BAGLIONI Piero, DEI Luigi, FRATONI Laura, LO NOSTRO Pierandrea, MORONI Michelangelo

Depositata il con il no.

#### Campo dell'invenzione

L'invenzione si riferisce al campo delle nano- micro-particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione ed al loro impiego in campo ceramico, tessile, cartario.

#### Stato dell'arte

La letteratura scientifica internazionale relativa alla sintesi e caratterizzazione di ossidi e idrossidi di metalli aventi dimensioni inferiori al micron fino al regime di poche decine di nanometri è notevole ed offre un ventaglio di possibilità per la produzione di detti materiali estremamente ampio. Purtroppo quasi sempre la messa a punto di queste sintesi su scala semi-industriale o addirittura industriale risulta estremamente complessa essenzialmente per due ordini di ragioni: (i) i costi economici eccessivi, (ii) la scarsa resa di questi metodi sintetici. D'altra parte in moltissimi campi applicativi – industria ceramica, tessile,



cartaria, etc. – sarebbe assolutamente vantaggioso poter disporre su larga scala di questi ossidi così finemente suddivisi per poter conseguire rivestimenti superficiali ad elevato potere coprente, altissima adesività col supporto, ottima omogeneità. Questi rivestimenti superficiali sarebbero potenzialmente in grado di conferire al materiale-supporto proprietà interfasali migliori rispetto a quelle dei supporti 'nudi', conferendo pertanto al manufatto finito prestazioni di esercizio assolutamente innovative.

E' quindi essenziale superare l'ostacolo rappresentato dalla difficoltà di preparazione di questi materiali rendendo disponibile un processo per la produzione di nano- e micro-particelle di ossidi e idrossidi di metalli di transizione che possa avere rese elevate, costi contenuti e possibilità concreta di estensione su scala industriale o semi-industriale.

#### Descrizione dettagliata dell'invenzione

La presente invenzione consente di superare i problemi suddetti grazie a un processo di preparazione di micro- nano-particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione che impiega materie prime a basso costo, costi energetici contenuti, possibilità di ottenere il materiale con rese notevoli ad elevato grado di purezza e impiego di solventi di reazione a basso impatto ambientale.

Le sintesi si eseguono in fase omogenea, a temperature comprese fra 50 °C e 180 °C, per reazione di doppio scambio fra un opportuno composto del metallo solubilizzato in mezzo acquoso od organico miscibile in acqua e un idrossido alcalino in fase acquosa. L'idrossido del metallo formatosi attraverso la reazione di doppio scambio viene

separato dalla soluzione per filtrazione, per decantazione o per centrifugazione. Successivamente l'idrossido viene calcinato in aria ad opportuna temperatura dipendente dal tipo di metallo considerato. La sintesi per reazione di doppio scambio a temperatura elevata riesce a produrre particelle di idrossido metallico molto fini poiché in queste condizioni la velocità di nucleazione della nuova fase insolubile (l'idrossido) è enormemente superiore a quella di crescita dei nuclei originando pertanto numerosissimi minutissimi cristalli di idrossido che non hanno tempo né modo di crescere dimensionalmente. La successiva calcinazione dell'idrossido a ossido non altera le dimensioni delle particelle, anzi tendenzialmente produce un'ulteriore decremento. Operando con questo tipo di strategia sintetica si conseguono i seguenti obiettivi:

- a) nessuna particella sintetizzata ha dimensioni superiori al micron;
- b) la resa è eccezionalmente elevata perché coincide praticamente con la stechiometria della reazione trattandosi di equilibri interamente spostati a destra;
- c) talvolta le particelle si agglomerano fra loro a formare aggregati super-micrometrici consentendo addirittura la filtrazione o la separazione per semplice decantazione (quando non si presenta tale situazione si ricorre comunque alla centrifugazione del prodotto in dispersione);
- d) gli aggregati super-micrometrici, quando si formano, sono facilmente riframmentati nelle unità nanometriche dal successivo processo di calcinazione;

e) il prodotto finale della calcinazione – l'ossido -, una volta raffreddato, è facilmente disperdibile in un opportuno mezzo liquido per l'applicazione su superfici solide mediante la tecnica a spruzzo.

L'invenzione si riferisce quindi ai metodi per la produzione delle particelle di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione come qui di seguito meglio specificati, a dette particelle e al loro uso in processi per il rivestimento superficiale di materiali ceramici, tessuti e cartacei.

L'invenzione si riferisce inoltre alle dispersioni di dette particelle in opportuni mezzi disperdenti liquidi per l'impiego applicativo sotto forma di aerosol per la deposizione del particolato su superfici ceramiche, tessuti e cartacee.

Secondo l'invenzione per particelle nano- micro-metriche si intende particelle aventi dimensioni comprese fra 10 - 1000 nm., preferibilmente 50 - 500 nm.

Preferiti secondo l'invenzione sono gli ossidi e idrossidi di: zinco, titanio, zirconio, alluminio, cobalto, ferro, nichel, magnesio.

Particolarmente preferiti sono gli ossidi ed idrossidi di: zinco, titanio, alluminio, zirconio.

Per composto metallico, secondo l'invenzione, si intende un sale dei metalli solubile in acqua.

Fra detti sali, particolarmente preferiti sono i cloruri, i nitrati e gli acetati.

In particolare sono preferiti, secondo l'invenzione i seguenti sali:  $ZrCl_4$ ,  $ZrOCl_2$ ,  $TiCl_4$ ,  $TiF_4$ ,  $TiOCl_2$ ,  $Mg(NO_3)_2$ ,  $Co(NO_3)_3$ ,  $ZnCl_2$ ,  $Ni(NO_3)_2$ ,  $FeCl_3$ .

Il mezzo liquido nel quale si scioglie il composto del metallo per far





avvenire il processo sintetico può essere acqua, un diolo, il dimetilsoflossido, o il 1,2,3-propantriolo.

Qualora si utilizzi un diolo questo è scelto, preferibilmente, nel gruppo costituito da: 1,2-etandiolo, 1,2-propandiolo.

La soluzione alcalina impiegata per reagire con la soluzione del composto metallico di cui sopra può essere costituita, ad esempio, da una soluzione acquosa di NaOH, KOH, Ba(OH)<sub>2</sub>.

Le concentrazioni dei reagenti (soluzione del composto metallico e soluzione alcalina) non sono essenziali e dipendono da caso a caso, così come i rapporti fra i reagenti che possono essere stechiometrici oppure no (vedi esempi).

La reazione di doppio scambio può avvenire a qualunque temperatura compresa fra 50 °C e 180 °C.

Gli idrossidi così sintetizzati possono venire purificati mediante lavaggi ed ultrasuoni da qualsiasi impurezza di tipo inorganico non decomponibile alle temperature di calcinazione. La purificazione degli idrossidi da materiale organico viene eseguita mediante ripetuti lavaggi con 1-propanolo.

La calcinazione degli idrossidi avviene in aria (o in atmosfera inerte se l'idrossido era stato lavato e depurato da qualsiasi traccia di materiale organico) a temperature variabili fra 250° e 1100 °C.

Gli idrossidi, o gli ossidi ottenuti dal processo di calcinazione, possono venire dispersi in opportuno mezzo liquido con l'ausilio di ultrasuoni od omogeneizzatori meccanici a pale metalliche.

I mezzi liquidi per le dispersioni di cui sopra sono preferibilmente

costituiti da acqua, etanolo, propanolo, isopropanolo.

Il metodo per l'ottenimento di queste particelle viene illustrato negli esempi seguenti; gli esempi contengono anche le modalità di dispersione delle particelle di ossido o idrossido, nonché le procedure per lo spruzzo delle dispersioni su supporti ceramici, cartacei e tessili.

Le particelle degli ossidi o idrossido sono state caratterizzate mediante microscopia elettronica a scansione con spettrometria di dispersione di raggi X, microscopia elettronica in trasmissione, analisi termica differenziale e diffrattometria X. Le dispersioni degli ossidi o idrossidi in mezzo liquido sono state caratterizzate mediante diffusione di luce per determinare la distribuzione granulometrica, e con misure di potenziale zeta per la valutazione della carica superficiale. Le superfici ceramiche e cartacee rivestite con gli strati di ossidi prodotti con la presente invenzione sono state caratterizzate mediante microscopia elettronica a scansione con spettrometria di dispersione di raggi x. Le superfici tessili rivestite con gli strati di ossidi prodotti con la presente invenzione sono state caratterizzate, oltreché con i metodi impiegati per i materiali ceramici e cartacei, anche mediante spettrometria di assorbimento/riflessione/diffusione UV/visibile, per valutare l'effettiva schermatura rispetto a radiazioni elettromagnetiche delle superfici tessili rivestite dagli ossidi prodotti con la presente invenzione.

#### Esempio 1.

In 200 ml di glicole etilenico vengono sciolti 13.2 g di  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ . Si scalda gradualmente la soluzione (0.2 M), tenendola sotto costante agitazione ad una temperatura di circa 150 °C. Si aggiungono, goccia a

goccia 14 ml di NaOH 5 M fino alla completa precipitazione dell'idrossido di zirconio. Dopo aver raffreddato a temperatura ambiente, si lascia decantare il precipitato gelatinoso. La soluzione surnatante viene aspirata con una pipetta, il precipitato è invece diluito 1:10 con acqua MILLI-Q e sonicato in un bagno a ultrasuoni per circa 15 minuti. Si centrifuga in provette di plastica da 25 ml per circa 15 minuti ad una velocità di 5000 rpm, al fine di separare il surnatante dalla fase gelatinosa. La stessa procedura viene ripetuta per tre volte, fino a quando la concentrazione di NaCl diviene circa  $10^{-5}$  M (saggio con  $\text{AgNO}_3$ ). Così si ottiene l'idrossido.

L'idrossido viene calcinato, in muffola, a 550 °C. per circa 3 h e si ottiene così il prodotto finale, cioè l'ossido di zirconio con dimensioni delle particelle da 80 a 300 nm.

Con la polvere di zirconia nanometrica così sintetizzata viene preparata una dispersione acquosa  $10^{-2}$  M. Tale dispersione viene spruzzata su un campione di gres ceramico cotto a 1150 C , il campione viene poi ricotto per 30 minuti a 1000 C a formare un rivestimento superficiale omogeneo che conferisce proprietà strutturali migliori al materiale ceramico.

#### Esempio 2.

In 200 ml di acqua MILLI-Q vengono sciolti 13.2 g di  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ . Si scalda gradualmente la soluzione (0.2 M), tenendola sotto costante agitazione ad una temperatura di circa 95 °C. Si aggiungono, goccia a goccia 14 ml di NaOH 5 M fino alla completa precipitazione dell'idrossido di zirconio. Dopo aver raffreddato a temperatura

ambiente, si lascia decantare il precipitato gelatinoso. La soluzione surnatante viene aspirata con una pipetta, il precipitato è invece diluito 1:10 con acqua MILLI-Q e sonicato in un bagno a ultrasuoni per circa 15 minuti. Si centrifuga in provette di plastica da 25 ml per circa 15 minuti ad una velocità di 5000 rpm, al fine di separare il surnatante dalla fase gelatinosa. La stessa procedura viene ripetuta per tre volte, fino a quando la concentrazione di NaCl diviene circa  $10^{-5}$  M (saggio con  $\text{AgNO}_3$ ). Così si ottiene l'idrossido.

L'idrossido viene calcinato, in muffola, a  $550^\circ\text{C}$  per circa 3 h e si ottiene così l'ossido di zirconio con dimensioni delle particelle da 80 a 300 nm.

Con la polvere di zirconia nanometrica così sintetizzata viene preparata una dispersione acquosa  $10^{-2}$  M. Tale dispersione viene spruzzata su un campione di gres ceramico cotto a  $1150^\circ\text{C}$ , il campione viene poi ricotto per 30 minuti a  $1000^\circ\text{C}$  a formare un rivestimento superficiale omogeneo che conferisce proprietà strutturali migliori al materiale ceramico.

#### Esempio 3.

Come gli esempi 1 e 2 ma l'applicazione viene fatta a pennello invece che a spruzzo. Le rimanenti procedure sono del tutto identiche.

#### Esempio 4.

Come gli esempi 1 e 2 ma l'applicazione viene fatta spruzzando o spennellando l'idrossido opportunamente purificato invece dell'ossido.

#### Esempio 5.



In 200 ml di glicole etilenico vengono sciolti 5.45 g di  $\text{ZnCl}_2$ . Si scalda gradatamente la soluzione (0.2 M), tenendola sotto costante agitazione ad una temperatura di circa 150 °C. Si aggiungono, goccia a goccia 14 ml di NaOH 5 M fino alla completa precipitazione dell'idrossido di zinco. Dopo aver raffreddato a temperatura ambiente, si lascia decantare il precipitato gelatinoso. La soluzione surnatante viene aspirata con una pipetta, il precipitato è invece diluito 1:10 con acqua MILLI-Q e sonicato in un bagno a ultrasuoni per circa 15 minuti. Si centrifuga in provette di plastica da 25 ml per circa 15 minuti ad una velocità di 5000 rpm, al fine di separare il surnatante dalla fase gelatinosa. La stessa procedura viene ripetuta per tre volte, fino a quando la concentrazione di NaCl diviene circa  $10^{-5}$  M (saggio con  $\text{AgNO}_3$ ). L'idrossido è così ottenuto.

L'idrossido viene calcinato, in muffola, a 250 °C per circa 3 h e si ottiene così l'ossido di zinco con dimensioni delle particelle da 50 a 500 nm.

Con la polvere di ossido di zinco nanometrica così sintetizzata viene preparata una dispersione acquosa  $10^{-2}$  M. Un frammento di tessuto di lana viene immerso in detta dispersione e lasciato in essa sotto agitazione per 20 ore. Successivamente il tessuto viene lavato più volte con acqua pura, essiccato e sulla superficie del tessuto viene eseguita caratterizzazione in microscopia elettronica a scansione dotata di microsonda EDX da cui si rileva la presenza di articolato di ZnO fortemente adeso alle fibre di lana. L'indagine UV/VIS in riflettanza mostra che il tessuto così trattato presenta proprietà di opacità agli

ultravioletti dannosi per la salute molto superiori rispetto al tessuto non trattato.

## RIVENDICAZIONI

1. Processo per la preparazione di ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione in forma di nano- micro-particelle comprendente i seguenti passaggi:
  - a) reazione di doppio scambio, in fase acquosa o organica, fra un composto del metallo ed un idrossido alcalino
  - b) calcinazione dell'idrossido del metallo ottenuto nel passaggio a).
2. Processo secondo la rivendicazione 1 in cui gli ossidi o idrossidi del metallo del secondo gruppo e di transizione sono scelti nel gruppo costituito da ossidi o idrossidi di: zinco, zirconio, titanio, magnesio, ferro, cobalto, nichel.
3. Processo secondo le rivendicazioni 1 – 2 in cui il composto del metallo è un sale solubile in acqua.
4. Processo secondo la rivendicazione 3 in cui il sale è un: cloruro, nitrato, acetato.
5. Processo secondo la rivendicazione 4 in cui i sali sono:  $ZrCl_4$ ,  $ZrOCl_2$ ,  $TiCl_4$ ,  $TiF_4$ ,  $TiOCl_2$ ,  $Mg(NO_3)_2$ ,  $Co(NO_3)_3$ ,  $ZnCl_2$ ,  $Ni(NO_3)_2$ ,  $FeCl_3$ .
6. Processo secondo le rivendicazioni 1 – 5 in cui:
  - a) Si fanno reagire in fase omogenea una soluzione di cloruro del metallo del secondo gruppo o di transizione ed una soluzione acquosa di idrossido alcalino;
  - b) l'idrossido del metallo formatosi nel passaggio precedente è raccolto per centrifugazione, filtrazione o decantazione ed eventualmente purificato per lavaggio o trattamento con ultrasuoni;
  - c) l'idrossido è calcinato in aria od atmosfera inerte.

7. Processo secondo la rivendicazione 6 in cui il cloruro del metallo di transizione è disciolto acqua o in un solvente organico miscibile con l'acqua.

8. Processo secondo la rivendicazione 7 in cui il solvente organico è scelto nel gruppo costituito da: dioli, 1,2,3-propantriolo, dimetilsolfossido.

9. Processo secondo la rivendicazione 8 in cui il diolo è scelto nel gruppo costituito da: 1,2-etandiolo, 1,2-propandiolo.

10. Processo secondo le rivendicazioni 6 – 9 in cui la reazione secondo il passaggio (a) è condotta a temperatura compresa fra 50° - 180°C.

11. Processo secondo le rivendicazioni 6 – 9 in cui la calcinazione avviene a temperatura compresa fra 250° e 1100°C

12. Ossidi e idrossidi di metalli del secondo gruppo e di transizione in forma di particelle aventi dimensioni comprese fra 10 e 1000 nm ottenute secondo il processo delle rivendicazioni 1 – 11.

13. Ossidi e idrossidi secondo la rivendicazione 12 in cui le particelle hanno dimensioni comprese fra 50 e 500 nm.

14. Dispersioni contenenti gli ossidi o idrossidi secondo le rivendicazioni 12 e 13.

15. Dispersioni secondo la rivendicazione 14 in cui il liquido della dispersione è scelto nel gruppo costituito da: acqua, etanolo, propanolo, isopropanolo.

16. Uso degli ossidi e idrossidi secondo le rivendicazioni 12 e 13 o delle dispersioni secondo le rivendicazioni 14 e 15 per il trattamento di superfici ceramiche, prodotti tessili, materiali cartacei.





11. 2. 1953.

7.

Levi-Buehler

**UFFICIO REGIONALE DI STATISTICA**  
**REGIONE AUTONOMA DEL SALENTO - PUGLIA**  
Lecce, 08/06/2023  
Il Funzionario